

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-068594
(43)Date of publication of application : 07. 03. 2003

(51)Int. Cl. H01L 21/02
C23C 16/01
C23C 16/42

(21)Application number : 2001-258985 (71)Applicant : TOKAI CARBON CO LTD
(22)Date of filing : 29. 08. 2001 (72)Inventor : USHIJIMA YUJI
DAITOKU HIDENORI

(54) SiC DUMMY WAFER AND ITS PRODUCING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an SiC dummy wafer exhibiting excellent planarity while suppressing warp and being employed in a process for cleaning the interior of a plasma etching chamber, or the like, or a process for heat treating a product wafer in a vertical furnace or the like.

SOLUTION: The SiC dummy wafer being obtained by forming an SiC film on the surface of a basic material by CVD and then removing the basic material comprises an SiC shaped body having such properties as the half peak width of SiC (111) face measured by X-ray diffraction is 0.2° or less and the warp is 0.5 mm or less. Since the warp can be confined in the range of 0.5 mm, excellent planarity is attained. Its production method comprises the steps for coating the surface of a basic material with SiC film by CVD, for removing the basic material to produce an SiC shaped body, and for heat treating the SiC shaped body at a temperature of 1600-1800° C in an inert atmosphere while applying a load of 15 g/cm² or above.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's
decision of rejection]

[Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of
rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for
application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-68594

(P 2 0 0 3 - 6 8 5 9 4 A)

(43) 公開日 平成15年3月7日(2003.3.7)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード (参考)
H01L 21/02		H01L 21/02	B 4K030
C23C 16/01		C23C 16/01	
16/42		16/42	

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全5頁)

(21) 出願番号	特願2001-258985 (P 2001-258985)	(71) 出願人	000219576 東海カーボン株式会社 東京都港区北青山1丁目2番3号
(22) 出願日	平成13年8月29日(2001.8.29)	(72) 発明者	牛嶋 裕次 東京都港区北青山1丁目2番3号 東海カーボン株式会社内
		(72) 発明者	大徳 秀徳 東京都港区北青山1丁目2番3号 東海カーボン株式会社内
		(74) 代理人	100071663 弁理士 福田 保夫 (外1名) Fターム(参考) 4K030 BA37 BB01 DA08 DA09 KA49

(54) 【発明の名称】 S i Cダミーウエハ及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 プラズマエッチング用等のチャンバー内を清浄化する工程や拡散炉、縦型炉等で製品ウエハを熱処理する工程に用いられる、反りが少なく平坦性に優れた S i Cダミーウエハを提供する。

【解決手段】 CVD法により基材面に S i C膜を成膜した後基材を除去して得られ、X線回折により測定される S i C (1 1 1) 面の半値幅が 0. 2° 以下、反りが 0. 5mm以下の性状を備えた S i C成形体からなる S i Cダミーウエハ。反りは 0. 5mmの範囲内に抑制することができ、平坦性に優れている。また、その製造方法は、CVD法により基材面に S i C膜を被着し、次いで基材を除去して得られた S i C成形体を、不活性雰囲気中で 1 5 g/cm² 以上の加重を負荷しながら、1 6 0 0 ~ 1 8 0 0℃の温度で熱処理する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 CVD法により基材面にSiC膜を成膜した後基材を除去して得られるSiC成形体であって、X線回折により測定されるSiC(111)面の半値幅が 0.2° 以下、反りが 0.5mm 以下の性状を備えたSiC成形体からなることを特徴とするSiCダミーウエハ。

【請求項2】 CVD法により基材面にSiC膜を被着し、次いで基材を除去して得られたSiC成形体を、不活性雰囲気中で 15g/cm^2 以上の加重を負荷しながら $1600\sim 1800^{\circ}\text{C}$ の温度で熱処理することを特徴とする請求項1記載のSiCダミーウエハの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ICやLSI等の半導体製造工程において、プラズマエッチングチャンバー内を清浄化する工程に用いるダミーウエハ、あるいは拡散炉や縦型炉において製品ウエハが並ぶ端側の位置に配置して製品ウエハの処理性状を安定化するために用いるダミーウエハに関する。

【0002】

【従来の技術】例えば、縦型炉を用いて減圧CVD法により半導体製造用のウエハ上へシリコン被覆処理を行う場合には、炉の上部と下部において反応性ガスの流れや温度分布等が不均一化し易い。そこで、ウエハをセットした炉の上部及び下部にダミーウエハをセットして、ウエハの処理条件を安定化させる方法が採られている。

【0003】また、シリコン被覆処理を繰り返し行くと、チャンバー内の電極やウエハホルダー等にシリコンが付着したり、付着シリコンの脱落によりパーティクルが発生する等の問題が生じる。そのため、定期的にウエハの代わりにダミーウエハをセットして、系内を酸洗浄して清浄化している。

【0004】したがって、ダミーウエハには酸腐食され難い材質特性、すなわち優れた耐熱性や耐蝕性が要求されるとともに不純物汚染を起こさない高純度性等が要求される。このダミーウエハの材質としてはガラス状カーボンや黒鉛等の炭素材が検討されているが、ガラス状カーボンや黒鉛では酸化消耗し、さらに黒鉛は材質的に組織からパーティクルが脱落する難点がある。シリコンウエハをダミーウエハとして用いる方法もあるが、耐酸性、耐酸腐食性が劣る難点がある。そのため、ウエハの洗浄時に使用される、例えば塩酸ガスにエッチングされにくいSiCが好適に使用されている。

【0005】SiCは耐熱性、高温強度、耐熱衝撃性、耐摩耗性、耐蝕性等の材質特性に優れており半導体製造用の部材をはじめ各種工業用の部材として有用されている。SiC成形体の製造方法としては古くからSiC粉末を焼結する方法があるが、SiCは難焼結性材料であり緻密な成形体を得るには焼結助剤を必要とし、高純度

な製品を得ることが困難である。そのため、焼結法で製造されるSiC成形体は、特に高純度が要求される半導体製造装置用の部材としての使用には適さない欠点がある。

【0006】一方、CVD法（化学的気相蒸着法）を利用するSiC成形体の製造方法は、含炭素有機珪素化合物と水素、あるいは有機珪素化合物及び炭化水素と水素、等の混合ガスを原料ガスとして気相反応させることにより、基材面上にSiC生成物を析出させて被膜を形成した後基材を除去するもので、緻密で高純度のSiC成形体を得ることができる。また、基材の除去は切削や研磨等により行うが、基材に炭素材を用いると空気中で熱処理することにより容易に燃焼除去できるのでプロセスを簡易化できる利点がある。

【0007】しかしながら、基材に炭素材、例えば表面平滑で平板状の黒鉛材を用いてCVD法によりSiCを気相析出させると、黒鉛基材とSiC膜との熱膨張率の相違やSiC膜の気相析出速度の相違による結晶組織の変化に起因して、黒鉛基材を除去して得られるSiC成形体には反りが発生する難点がある。すなわち、黒鉛基材の熱膨張係数がSiCの熱膨張係数よりも大きい場合にはSiC膜に圧縮応力がかかりSiC成形体の表面が凸形状に反る。逆に、黒鉛基材の熱膨張係数が小さい場合にはSiC膜に引張り応力が働くためSiC成形体の表面が凹形状に反ることとなる。

【0008】また、CVD法により析出するSiC膜の形成は、基材面でまずSiCの核が生成し、次いでアモルファス質あるいは微粒多結晶に成長し、更に柱状組織の結晶組織に成長を続けてSiC膜が形成被着する過程を辿る。この場合、基材と接するアモルファス質あるいは微粒多結晶のSiC膜の熱膨張係数は柱状組織の結晶組織の熱膨張係数に比べて小さいために、基材である黒鉛材を空気中で加熱して燃焼除去する場合にはアモルファス質あるいは微粒多結晶部では圧縮応力が、柱状組織の結晶組織部では引張り応力がそれぞれ作用するので、全体として凹形状に反りが発生することとなる。

【0009】そこで、CVD法によるSiC成形体の製造方法として、基体の表面にCVD法によりSiC膜を形成し、前記基体を除去して得られたSiC基板の両面に、更にSiC膜を形成することを特徴とするCVD法によるSiC成形体の製造方法（特開平8-188408号公報）や、基体の表面にCVD法によりSiC膜を形成し、前記基体を除去することにより、SiC成形体を製造する方法において、CVD法によりSiC層を形成し、次いで該SiC層の表面を平坦化する工程を複数回繰り返すことにより、各層の厚みが $100\mu\text{m}$ 以下のSiC層を所望厚み以上に積層した後、基体を除去することを特徴とするCVD法によるSiC成形体の製造方法（特開平8-188468号公報）等が提案されている。

【0010】上記の特開平8-188408号公報およ

び特開平8-188468号公報の発明は、SiC成形体に発生する亀裂や反りの抑制を目的として、SiC膜を所望厚みまで一気に形成せずに途中で止め、SiC膜に蓄積される内部応力を最小限に抑えることにより結晶粒の大きさがそろい、膜表面の凹凸度合いを減少させたSiC膜を基板として、その上面と下面の両面にSiC膜を形成する、あるいはSiC層形成を初期段階で止めて、層表面を平坦化する工程を複数回繰り返すものである。すなわち、特開平8-188408号公報、同8-188468号公報の製造方法によれば、CVD法で形成するSiC膜を所望の膜厚にまで一気に形成することなく途中で止め、また平坦化処理が必要となるなど工程が煩雑化し、製造効率が低下する問題点がある。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らは、上記の問題点を解消するためにSiC膜の結晶性状について研究を進めた結果、SiC膜を形成する結晶子が大きく、SiC(111)面の結晶面に配向している度合いが高いとSiC成形体に発生する反りを小さくできることを見出した。

【0012】本発明はこの知見に基づいて開発されたもので、その目的は半導体製造装置用熱処理炉のチャンバー内を清浄化する工程、あるいは拡散炉や縦型炉等で製品ウエハを熱処理する工程等に用いられる、反りが少なく平坦性に優れたSiCダミーウエハ及びその製造方法を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するための本発明によるSiCダミーウエハは、CVD法により基材面にSiC膜を成膜した後基材を除去して得られるSiC成形体であって、X線回折により測定されるSiC(111)面の半値幅が 0.2° 以下、反りが 0.5mm 以下の性状を備えたSiC成形体からなることを構成上の特徴とする。

【0014】また、その製造方法は、CVD法により基材面にSiC膜を被着し、次いで基材を除去して得られたSiC成形体を、不活性雰囲気中で 15g/cm^2 以上の加重を負荷しながら $1600\sim 1800^\circ\text{C}$ の温度で熱処理することを構成上の特徴とする。

【0015】

【発明の実施の形態】CVD法によりSiCを気相析出させてSiC膜を成膜する基材には空气中で熱処理することにより容易に除去可能な炭素系、特に黒鉛材が好適に用いられ、表面平滑で平坦性が高く、高純度の黒鉛材を用いることが好ましい。黒鉛基材の表面にCVD法により気相析出させて形成したSiC被膜は、黒鉛基材を除去することによりSiC成形体を得られる。黒鉛基材の除去は黒鉛材を切削除去する方法、研磨除去する方法、あるいは空气中で加熱して燃焼除去する方法、等適宜な手段により行うことができるが、燃焼除去する方法

は操作が簡便であり好ましい。

【0016】本発明のSiCダミーウエハは、上記のCVD法により得られるSiC成形体から形成され、SiC成形体のSiC結晶面として、X線回折により測定されるSiC(111)面の半値幅を 0.2° 以下の値に設定したことを特徴とする。SiC(111)面の半値幅の値は(111)面に配向した結晶子の大きさ及び数に関連し、結晶子が大きく、数も多いほど半値幅は小さな値となる。本発明においては、SiC(111)面の半値幅を 0.2° 以下とすることにより大きな結晶子が多く存在する結晶性状に、すなわちSiC結晶内に存在する結晶欠陥、結晶不整を是正して高結晶化を図ったものである。

【0017】すなわち、SiC(111)面の半値幅が大きい場合にはSiCの結晶化が充分でないために、結晶組織の変化に起因する反りが発生し易くなる。そこで、本発明はX線回折により測定されるSiC(111)面の半値幅を小さな値、すなわち半値幅を 0.2° 以下に制御設定することにより、SiC成形体に生じる反りを小さな値に抑えるものである。その結果、本発明のSiCダミーウエハは平坦性に優れ、反りの発生も 0.5mm 以下の範囲に抑制することが可能となる。

【0018】なお、SiC(111)面の半値幅は、X線にCuの $K\alpha$ 線を用いて、印加電圧； 40KV 、印加電流； 20mA 、走査速度； $4^\circ/\text{min.}$ 、発散スリット； 1° 、入射スリット； 1° 、散乱スリット； 0.3mm 、フィルター；Ni、の条件でX線回折を行い、回折ピーク値よりSiC(111)面の半値幅が求められる。

【0019】本発明のSiCダミーウエハの製造方法は、黒鉛等の基材面にCVD法によりSiCを気相析出させてSiC膜を被着して成膜した後、基材を除去することにより得られるSiC成形体を特定条件下に熱処理することを特徴とする。CVD法によるSiC膜は、CVD反応装置内に例えば黒鉛基材をセットし、水素ガスをキャリアガスとし、例えばトリクロロメチルシラン、トリクロロフェニルシラン、ジクロロメチルシラン、ジクロロジメチルシラン、クロロトリメチルシラン等の原料ガスを送入して熱分解反応させることにより基材面に成膜する。この場合に、熱分解温度、原料ガス濃度

〔(原料ガス)/(原料ガス)+(キャリアガス)〕、原料ガス送入量等を適宜な値に設定制御するが、熱分解温度範囲は $1100\sim 1500^\circ\text{C}$ が好ましい。

【0020】このようにして基材面にSiC膜を成膜した後基材を除去して得られたSiC成形体は、結晶組織を改善して半値幅を小さくするために再度熱処理される。熱処理は基材を除去して得られたSiC成形体を平滑な、例えば黒鉛板等に挟持して、 15g/cm^2 以上の加重を負荷しながら、不活性雰囲気中で所定温度に適宜時間保持することにより行う。熱処理温度は、SiCの再結晶温度以下であり、結晶変態や分解反応が起こる温度

以下に設定する必要がある。一方、熱処理温度が低いと結晶組織の是正効果が充分でないので、熱処理温度は1600～1800℃の温度範囲に設定される。

【0021】この熱処理により、SiC成形体の作製時のCVD反応過程で生じたSiCの結晶欠陥や結晶不整等が是正されて高結晶化が図られ、結晶構造に由来する歪み及び機械加工時に蓄積された残留応力等が排除される。したがって、このSiC成形体、具体的にはX線回折により測定されるSiC(111)面の半値幅の値が0.2°以下の結晶性状を備え、反りが0.5mm以下の性状を備えたSiC成形体からダミーウエハを形成することにより、反りが小さく、平坦性に優れたSiCダミーウエハを提供することが可能となる。

【0022】

【実施例】以下、本発明の実施例を比較例と対比して具体的に説明する。

【0023】実施例1～8、比較例1～3

高密度1.8 g/cm³、熱膨張係数3.9×10⁻⁴/K、灰分10 ppmの等方性黒鉛材を直径202mm、厚さ5mmに加工して基材を作製した。この黒鉛基材をCVD反応装置にセットして、原料ガスにトリクロロメチルシラン(CH₃SiCl₃)を用い、水素ガスをキャリアガスとして、1400℃の熱分解温度で時間を変えて黒鉛基材面にSiCを析出させ、厚さ1.0～1.2mmのSiC被膜を成膜した。次いで空気中で加熱して黒鉛基材を燃焼除去した後、ダイヤモンドホイールにより表面を研磨してSi

C成形体を得た。

【0024】得られたSiC成形体を酸洗浄し、乾燥したのち、表面平滑な黒鉛平板で負荷加重を変えて挟持し、アルゴンガス雰囲気中で温度を変えて3時間熱処理した。次いで、研磨して直径202mm、厚さ0.5mmのウエハ形状に仕上げた。

【0025】このようにして製造したSiC成形体について、下記の条件によりX線回折を行って回折ピーク値を求め、回折ピーク値からSiC(111)面の半値幅を算出した。なお、回折ピーク値はCuのK α により測定した。

X線回折条件；

印加電圧；40KV、印加電流；20mA、走査速度；4°/min、発散スリット；1°、入射スリット；1°、散乱スリット；0.3mm、フィルター；Ni、

【0026】次に、3次元形状測定機により反り量を測定した。反り量は、静置したSiC成形体の高さを測定して、高低差の最大値をもって反り量(mm)とした。

【0027】また、酸耐蝕性試験として、温度1200℃の塩酸ガス中に3時間放置した際の、腐食状況を外観観察により評価した。

【0028】得られた結果を、SiCダミーウエハの製造条件と共に表1に示した。なお、GD-MSにより不純物分析を行ったところ、何れも1ppm未満であった。

【0029】

【表1】

例No.	熱処理条件		SiC成形体		
	温度(℃)	負荷加重(g/cm ²)	半値幅(°)	反り量(mm)	酸耐蝕性試験 #1
実施例1	1700	16	0.18	0.335	○
実施例2	1600	16	0.18	0.005	○
実施例3	1800	16	0.17	0.300	○
実施例4	1700	32	0.18	0.315	○
実施例5	1700	15	0.18	0.357	○
実施例6	1700	32	0.18	0.343	○
実施例7	1700	32	0.18	0.287	○
実施例8	1700	32	0.18	0.320	○
比較例1	1500	32	0.22	1.030	×
比較例2	1900	16	0.17	0.511	×
比較例3	1700	10	0.17	0.530	○

注；

#1 ○ 変化なし

× 腐蝕による表面変色あり

【0030】表1の結果から、CVD法により作製した(111)面の半値幅が0.2°以下、反りが0.5mm以下の性状からなる実施例のダミーウエハは、塩酸ガス

中における耐蝕性が優れていることが判る。これに対し、熱処理温度が低い比較例 1 は半値幅および反りが大きく、塩酸ガス中における耐蝕性が劣り、また熱処理温度が高い比較例 2 では変色が起こっているため、塩酸ガス中における耐蝕性が低下することが認められる。一方、負荷加重が小さい比較例 3 では反りの改善が不充分となることが判る。

【0031】

【発明の効果】以上のとおり、本発明の SiC ダミーウエハは、SiC (111) 面の半値幅を 0.2° 以下に 10 設定した CVD 法により作製した SiC 成形体から形成することにより、SiC (111) 面に配向した結晶子

が大きく、数も多いので、すなわち、SiC 結晶内に存在する結晶欠陥や結晶不整が是正され、高結晶化された SiC 成形体により構成したものであるから、結晶組織の変化による反りの発生を効果的に抑止することができ、反りを 0.5mm 以内の範囲に抑制することができ、平坦性の優れた SiC ダミーウエハを提供することが可能となる。また、本発明の製造方法によれば、CVD 法により作製した SiC 成形体を不活性雰囲気中で 15g/cm 以上の加重を負荷しながら、1600~1800℃の温度で熱処理することにより、本発明の SiC ダミーウエハを製造することが可能である。